## PIGMENT COMPOSITION AND PRODUCTION THEREOF

Patent Number:

JP9188827

Publication date:

1997-07-22

Inventor(s):

OSHIUMI ISAO;; TANAKA TOSHIO

Applicant(s):

DAINIPPON INK & CHEM INC

Requested Patent:

☐ JP9188827

Application Number: JP19960000736 19960108

Priority Number(s):

IPC Classification:

C09B67/08; C09D201/00

EC Classification:

Equivalents:

### Abstract

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a pigment composition having excellent light stability by coating the surface of an organic pigment with a film containing a Ce compound. SOLUTION: One hundred (100) pts.wt. at least one member selected from among azo, lake, indigo, anthraguinone, phthalocyanine and like organic pigments is mixed under agitation with 0.1-50 pts.wt., desirably about 1-15 pts.wt. Ce compound selected from among CeCl3 , Ce(NO3 )3 , Ce2 (SO4 )3 , (NH4 )2 Ce(NO3 )6, Ce(SO4 )2, etc. An alkali (e.g., NaOH) is added to the reaction system so that the reaction system may be kept at a pH of 7.0 or above. After the agitation, the reaction mixture is filtered, and the product is washed and dried at about 10-150 deg.C to obtain a pigment composition. A resin (e.g. an alkyd resin) is mixed with an organic solvent (e.g. toluene or ethyl acetate) and about 0.01-50wt.% above pigment composition, and the obtained mixture is kneaded and dispersed at room temperature to 150 deg.C with e.g. rolls to obtain a colored resin or coating material.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

# (19) 日本国特許广 (JP) (12) 公開特許公報 (A) (11)特許出願公開番号

# 特開平9-188827

(43)公開日 平成9年(1997)7月22日

(51) Int.Cl. 5	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 9 B 67/08			C09B 67/08	С
C 0 9 D 201/00	PDC		C 0 9 D 201/00	PDC

		審査請求	未請求 請求項の数7 OL (全 9 頁)
(21)出願番号	特顧平8-736	(71)出顧人	000002886 大日本インキ化学工業株式会社
(22)出願日	平成8年(1996)1月8日		東京都板橋区坂下3丁目35番58号
		(72)発明者	駕海 功 千葉県香取郡小見川町小見川703-2
		(72)発明者	田中 俊雄 千葉県香取郡小見川町元下小川外五ヶ村入 会地2番地の542
		(74)代理人	弁理士 髙橋 勝利

## (54) [発明の名称] 顔料組成物及びその製造法

### (57)【要約】

【課題】 透明性及び色相を維持しながら、光安定性と 耐候性に優れた顔料組成物を提供すること。

【解決手段】 有機顔料の表面にセリウム化合物を含む 被膜を被覆して成る顔料組成物。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 有機顔料の表面にセリウム化合物を含む 被膜を被覆して成ることを特徴とする顔料組成物。

【請求項2】 セリウム化合物の量が有機顔料に対して 0.1~50重量%の範囲にある請求項1記載の顔料組成物。

【請求項3】 有機顔料の表面にセリウム化合物を沈着させることを特徴とする請求項1又は2記載の顔料組成物の製造方法。

【請求項4】 有機顔料の水系スラリー、カップリング 剤及び酸化セリウムを攪拌することを特徴とする請求項 1又は2記載の顔料組成物の製造方法。

【請求項5】 請求項1又は2記載の顔料組成物を含有する高分子量有機材料。

【請求項6】 請求項1又は2記載の顔料組成物及び塗 膜形成性樹脂を含有する塗料。

【請求項7】 自動車用塗料である請求項6記載の塗料。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、光安定性と耐候性 に優れた顔料組成物及びその製造法に関し、更に詳しく は、塗料、インキ、プラスチック、カラートナー、カラーフィルター並びに化粧品等の色材として有用な顔料組 成物に関する。

### [0002]

【従来の技術】従来から、着色材の耐候性を向上させるために、種々の方法がとられてきた。自動車用塗料において、例えば、特開昭56-84757号公報、同56-84751号公報、同56-84761号公報、同56-84762号公報、同56-84763号号公報、同56-84763号号公報、同56-84763号号公報、同56-84763号号公報、同56-84763号号公報、同56-84763号号公報、同56-84763号号公報等には、樹脂層又は塗料中に光安定剤や抗酸化剤を添加して、塗膜又は顔料の耐候性や退色性を改良する方法が記載されている。また、プラスチック用途においても、光安定剤剤や抗酸化剤を加え、耐候性や退色性を改良することがごく普通に行われている。

### [0003]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、これらの場合、顔料の変退色を防止するためには、大量の光安定剤や酸化防止剤を添加しなければならず、コスト面で高くなることが難点である。また、自動車塗料の1コート1ベイク方式のソリッドカラーにおいては、光安定剤や酸化防止剤を添加しても、顔料とそれらが混在しているため、顔料の変退色を促進する紫外線を顔料に到達する前に吸収することができず、従って、紫外線が直接顔料に到達する場合もあり、2コート1ベイク方式のメタリックカラーと比較して効果が薄い、という問題点を有していた。

【0004】さらに近年、フッ素樹脂塗料等の超耐候性

塗料が開発され、いままでの有機顔料や染料の耐候性の 水準では、要求される性能を満たすことができなかっ た。

【0005】また、有機系紫外線吸収剤や光安定化剤は、特定波長の紫外線しか吸収することができず、光安定化と耐候性の向上には不十分であり、顔料により選択性があり組み合わせが複雑であるという問題点もあった。さらに、樹脂組成物を高温で溶解させたり、塗料などを高温で焼き付ける際に、有機系紫外線吸収剤が分解ないしは揮発して、その性能を発揮できない場合が多かった。

【0006】無機の酸化チタンや酸化亜鉛なども紫外線 吸収剤として効果が認められるが、不透明で白色のため、有機顔料と混合して使用したときに、有機顔料の本 来の色を出すことができず、不透明で淡い色になるとい う欠点があった。

【0007】特開平1-148710号及び特開平1-306435号には、酸化第2セリウムのゾルを、ガラス又は高分子材料表面にコーティングすることによって紫外線を吸収する方法、あるいは、塗料又は高分子材料への内添することによって紫外線を吸収する方法が記載されている。しかしながら、このような方法では、酸化セリウムは有機顔料に対して過剰に必要であるので、製造原価が高くなるという問題点を有していていた。

【0008】特公平7-47699号公報には、セリウム化合物により被覆されたビスマスオキシクロライド光沢顔料が記載されている。被覆される顔料が有機顔料と比較して安定な無機顔料であるにも係わらず、この方法によって得られる光沢顔料は、耐候性試験において、被覆されていないサンプルと比較して多少改善されてはいるものの、色差△Lが-31.1と大きく、実用的には、耐候性を改善したものとは言えない水準のものであった。

【0009】本発明が解決しようとする課題は、透明性及び色相を維持しながら、光安定性と耐候性に優れた顔料組成物を提供することにある。

#### [0010]

【課題を解決するための手段】本発明者等は、こうした 実状に鑑み、従来技術の欠点を解決すべく鋭意研究した 結果、無機顔料に適用した前例の結果に反して、有機顔 料の表面にセリウム化合物を含む被膜を被覆することに より、透明性及び色相を維持しながら高い光安定性と耐 候性を改善できることを見い出し、本発明を完成するに

【0011】即ち、本発明は上記課題を解決するため に、有機顔料の表面にセリウム化合物を含む被膜を被覆 して成ることを特徴とする顔料組成物を提供する。

#### [0012]

【発明の実施の形態】本発明の顔料組成物は、例えば、 次の方法によって製造することができる。第1の製造方 法としては、有機顔料の水性スラリーにセリウム塩化合物を加え、撹拌した後、アルカリを加えて、さらに撹拌し、撹拌終了後、沪過、洗浄を行ない、乾燥する方法が挙げられる。この処理の温度は、10~150℃の範囲で行なうことが好ましい。

【0013】第2の製造方法としては、有機顔料の水性 スラリーに酸化セリウムの水分散液、カップリング剤を 加え、攪拌後、沪過、洗浄を行ない、乾燥させる方法が 挙げられる。

【0014】第1の製造方法で使用するセリウム塩化合物としては、例えば、硫酸セリウム(IV)、硝酸セリウム(IV)アンモニウム、酢酸セリウム(III)、塩化セリウム(III)、臭化セリウム(III)、硝酸セリウム(III)、炭化セリウム(III)、硫酸セリウム(III)、炭酸セリウム(III)、しゅう酸セリウム(III)等が挙げられる。セリウム塩の使用量は、有機顔料100重量部に対して、反応後のセリウム化合物換算で0.1~50重量部の範囲が好ましく、1~15重量部の範囲が特に好ましい。使用量がセリウム化合物換算で0.1重量部よりも少ない場合、耐候性に対する効果が十分に得られない傾向にあるので好ましくなく、また、セリウム化合物換算で50重量部よりも多い場合、着色剤として着色力が低下する傾向にあるので好ましくない。

【0015】第1の製造方法で使用するアルカリとしては、例えば、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化リチウム、水酸化カルシウム、水酸化マグネシウム、アンモニア等が挙げられる。その使用量は、反応系のpHが7.0以上と成る量が好ましい。アルカリの使用量が反応系のpHが下限よりも低くなる量を添加した場合、水酸化セリウムの沈澱が起きず、有機顔料に対する被膜が十分に形成されない傾向にあるので好ましくない。

【0016】第2の製造方法で使用するカップリング剤 としては、例えば、シランカップリング剤、チタンカッ プリング剤、アルミニウムカップリング剤などが挙げる ことができる。カップリング剤の使用量は、有機顔料1 00重量部に対し、0.05~5重量部の範囲が好まし い、カップリング剤の使用量が0.05重量部よりも少 ない場合、有機顔料と酸化セリウムが系内で分離してし まう傾向にあるので好ましくなく、また、カップリング 剤の使用量が5重量部よりも多い場合、経済的でない。 【0017】第2の製造方法において、酸化セリウムの 使用量は、有機顔料100重量部に対して、0.1~5 0重量部の範囲が好ましく、1~15重量部の範囲が特 に好ましい。酸化セリウム塩の使用量が、0.1重量部 よりも少ない場合、耐候性に対する効果が十分に得られ ない傾向にあるので好ましくなく、また、酸化セリウム の使用量が、50重量部よりも多い場合、着色剤として 着色力が低下する傾向にあるので好ましくない。

【0018】第2の製造方法において、酸化セリウムの水分散液を作成する際に、界面活性剤を併用することもできる。界面活性剤の種類としては、例えば、アニオン系界面活性剤、ノニオン活性剤、カチオン系活性剤等が挙げられる。

【0019】アニオン系の界面活性剤としては、例えば、ドデシルベンゼンスルフォン酸ナトリウム、ジアルキルスルホコハク酸ナトリウム、ポリオキシエチレンアルキルエーテル硫酸ナトリウム等が挙げられる。

【0020】ノニオン系界面活性剤としては、例えば、ポリオキシエチレンラウリルエーテル、ポリオキシエチレンノニルフェニルエーテル、ソルビタン脂肪酸エステル等が挙げられる。

【0021】カチオン系界面活性剤としては、例えば、ステアリルトリメチルアンモニウムクロライド、ジステアリルジメチルアンモニウムクロライド等が挙げられる。

【0022】第2の製造方法において、界面活性剤を併 用する場合の使用量は、酸化セリウム100重量部に対 して、10重量部以下の範囲が好ましい。界面活性剤の 使用量が10重量部よりも多い場合、塗膜にしたときに ブリスターが出易くなる傾向にあるので好ましくない。 【0023】本発明の顔料組成物に使用することができ る有機顔料としては、特には限定がないが、それらのう ちで特に代表的なもののみを例示するにとどめれば、ア ゾ系顔料、レーキ系顔料、チオインジゴ顔系料、アント ラキノン系顔料(例えば、アントアンスロン顔料、ジア ミノアンスラキノニル顔料、インダンスロン顔料、フラ バンスロン顔料、アントラピリミジン顔料など)、ペリ レン系顔料、ペリノン系顔料、ジケトピロロピロール系 顔料、ジオキサジン系顔料、フタロシアニン系顔料、キ ノフタロン系顔料、キナクリドン系顔料、イソインドリ ン系顔料及びイソインドリノン系顔料が挙げられ、これ らの有機顔料は、2種類以上併用することもできる。

【0024】以上のようにして、セリウム化合物(酸化セリウム)を含む被膜を有機顔料の表面に被覆することにより、少ないセリウム化合物の使用量で有機顔料の表面で紫外線を吸収することができ、被膜の透明性にも優れているので、顔料の着色力を維持したまま耐候性を向上させることができる。

【0025】本発明の顔料組成物を公知の分散機により分散することにより分散体が得られる。その分散体としては、例えば、アルキッド樹脂、アクリル樹脂、ウレタン樹脂、ポリエステル樹脂、アミド樹脂、メラミン樹脂、エーテル樹脂、フッ素樹脂等を使用した塗料、ポリ塩化ビニル、ポリ(メタ)アクリレート、ポリスチレン、ABS樹脂、AS樹脂、ポリエチレンやポリプロピレン等のポリオレフィン、ポリアミド、ポリアセタール、ポリカーボネート、PETやPBT等のポリエステル、変性ポリフェニレンエーテル等を使用したプラスチ

防止剤、紫外線吸収剤、酸化防止剤等の各種助材や安定

【0029】この分散条件は、分散媒及び分散機によっ

て異なるため、分散温度や分散時間は問わないが、分散

温度が室温~240℃、好ましくは室温~150℃、分

【0030】これらの本発明顔料組成物の分散体は、必

要に応じて他の添加剤や顔料や染料と混合され最終的な塗料、印刷インキ、プラスチック、カラートナーや記録

【0031】これら分散体に本発明顔料組成物を分散す

る分散機としては、ディスパー、ホモミキサー、ビーズ

ミル、ボールミル、二本ロール、三本ロール、加圧ニー

ダー等の公知の分散機が挙げられるが、これらに限定さ

【実施例】以下、実施例及び比較例を用いて本発明を更 に詳細に説明する。以下の実施例および比較例におい

て、「部」及び「%」は、特に断りのない限り、全て重

量基準であるものとし、顔料のスラリーの場合は、顔料

散時間が120時間以内、好ましくは5時間以内であ

剤を用いてもかまわない。

剤等に調製され使用される。

に換算した重量で表示する。 【0033】[実施例1]

れるものではない。

[0032]

ック、グラビアインキ、平版インキ、金属インキ及びジェットインキ等の印刷インキ及び、カラートナーやカラーフィルター等の記録材料等、公知の一般的なものが挙げられるが、特にこれらに限定されない。

【0026】本発明の顔料組成物を分散して得られた分散体中の本発明の顔料組成物の割合は、通常90重量%以下が好ましく、0.01~50重量%の範囲が特に好ましい。なお、残部は分散媒となる。

【0027】分散媒としては、塗料、プラスチック、印刷インキ及びカラートナー等の分散体に使用される樹脂や溶剤等が挙げられるが、例えば、アルキッド樹脂、アクリル樹脂、ウレタン樹脂、ポリエステル樹脂、フッ素樹脂、エーテル樹脂、フッ素樹脂、塩化ビニル樹脂、ポリスチレン、ABS樹脂、AS樹脂、ポリエチレンやポリプロピレン等のポリオレフィン樹脂、ポリアセタール樹脂、ポリカーボネート樹脂等の樹脂、ポリアセタール樹脂、ポリカーボネート樹脂等の樹脂、ポリアセタール樹脂、ポリカーボネート樹脂等の樹脂、ホ、トルエンやキシレンの如き芳香族炭化水素系溶剤、メネールやエタノールの如きアルコール系溶剤、酢酸エチルの如きエステル系溶剤、メチルエチルケトンの如きケトン系溶剤及びエチレングリーコールの如きエーテル系溶剤等が挙げられるが、これらに限定されるものではない。

【0028】また、必要に応じて、分散湿潤剤、皮張り

C. I. ピグメント バイオレット 19のスラリー 100部

硫酸第2セリウム10%水溶液

60部

を室温にて撹拌混合した後、水酸化ナトリウム20%水 溶液を加えて、pH9.8とし、更に、室温にて3時間 撹拌した。撹拌終了後、沪過し、残渣を水で洗浄した 後、95℃で乾燥させて顔料粗成物を得た。 【0034】このようにして得た顔料組成物を電子顕微鏡で観察した結果、顔料の表面がセリウム化合物からなる被膜で被覆されていることを確認することができた。 【0035】

#### (耐候性試験板作製)

 実施例1で得た顔料組成物
 18.0部

 「ベッコゾールEY-3002-65」
 29.1部

(大日本インキ化学工業(株)製のアルキッド系樹脂)

溶剤 (キシレン:n-ブタノール=75:25) 40.0部

を分散させた後、この分散液に

「ベッコゾール57-1365」 67.9部

(大日本インキ化学工業(株)製のアルキッド系樹脂)

「スーパーベッカミンL-117-60」 45.0部

(大日本インキ化学工業(株)製のメラミン系硬化剤)

を加えて色エナメルを製造した。(アルキッド:メラミ 【0036】

ン不揮発分比=7:3)

「タイペークR-930」 60.0部 (石原産業社製チタン白)

(石原産果在袋ケアノ日)

「ベッコゾールEY-3002-65」 19.4部 「ベッコゾール57-1365」 45.2部

溶剤(キシレン:n-ブタノール=75:25) 5.4部

を分散させた後、この分散液に

「スーパーベッカミンレー117-60」 30.0部

を加えて白エナメルを製造した。(アルキッド:メラミ ン不揮発分比=7:3)

【0037】有機顔料とチタン白との配合割合が1対1となるように混合し、フォードカップ#4で20~22秒になるように溶剤で希釈して塗料を作製した。この塗料を、7cm×15cmの中塗り水研ぎしたアルミ板面に、乾燥後の塗膜が30μmと成るようにエアー式スプレーを用いて塗布した後、1時間室温で放置し、140℃の乾燥機で30分焼き付け乾燥して、耐候性試験板とした。

【0038】(促進耐候性試験)この試験板を、促進耐

C. I. ピグメント バイオレット 19のスラリー 100部

を室温にて3時間撹拌した。撹拌終了後、沪過した後、 残渣を水で洗浄した後、95℃で乾燥させて顔料を得た。

【0040】実施例1において、実施例1で使用した顔料組成物に代えて、上記顔料を用いた以外は、実施例1

C. I. ピグメント レッド 179のスラリー 100部 硝酸第2セリウムアンモニウム10%水溶液 320部

硝酸第2セリウムアンモニウム10%水溶液 320部 を室温にて攪拌混合した後、水酸化ナトリウム20%水 【0042】このようにして得た顔料組成物を電子顕微溶液を加えて、p H 1 O と し、80℃にて3時間攪拌し 鏡で観察した結果、顔料の表面がセリウム化合物からなた。攪拌終了後、沪過し、残渣を水で洗浄した後、95 る被膜で被覆されていることを確認することができた。

(耐候性試験板作製)

実施例2で得た顔料組成物15.0部「アクリディック47-712」37.5部

[0043]

(大日本インキ化学工業(株)製アクリル系樹脂)

溶剤(キシレン/ノルマルブタノール=75/25) 40.0部

を分散させた後、この分散液に

℃で乾燥させて顔料組成物を得た。

「アクリディック47-712」 82.5部 「スーパーベッカミンL-117-60」 25.0部

を加えて色エナメルを製造した。

【0044】同様に、実施例2で使用した顔料組成物に 代えて、「アルペースト8620NS」(東洋アルミニ ウム社製アルミニウムペースト)を用いて、アルミエナ メルを製造した。

【0045】有機顔料とアルミペーストとの配合割合が 1対9になるように混合し、ファードカップ#4で15~17秒になるよう溶剤で希釈し塗料を作製した。この 塗料を、7cm×15cmの中塗り水研ぎアルミ板面に エアー式スプレーを用いて乾燥後の塗膜が20μmとなるように塗布した。次に、この塗膜上に、「アクリディックA-310」(大日本インキ化学工業(株)社製の アクリル樹脂)/「スーパーベッカミンL-117-60」(不揮発分比7/3)から成るクリアエナメルをフ

C. I. ピグメント レッド

を室温にて攪拌混合し、水酸化ナトリウム20%水溶液を加えて、pHを10とした後、80℃にて3時間攪拌した。攪拌終了後、沪過し、残渣を水で洗浄した後、95℃で乾燥させて顔料を得た。

【0048】実施例2において、実施例2で使用した顔料組成物に代えて、比較例2で得た顔料を用いた以外

ォードカップ#4で23~25秒になるよう溶剤で希釈した塗料を、エアー式スプレーを用いて乾燥後の塗膜が25μmとなるように塗布した。この塗装板を1時間室温で放置した後、150℃の乾燥機で30分焼き付け乾燥して、2コート1ベイク方式のメタリック塗装板を作製し、耐候性試験板とした。

【0046】この試験版について、実施例1と同様にして、促進耐候性試験を行った。促進試験前の試験板と試験後の塗装板の色差を測色した結果、色差は0.5と非常に小さく、この顔料組成物は、高耐候性を示し、例えば、自動車用塗料への応用も可能であることが判明した。

【0047】[比較例2]

#### 179のスラリー 100部

は、実施例2と同様にして塗料を作製し、塗装板の作製 及び促進耐候性試験を行ない、促進試験前の試験板との 色差の測色を行った。その結果、色差は1.6と大きか った。

【0049】[実施例3]

製)を使用して、デューサイクル(照射ー暗黒ー結路)で288時間の促進耐候性試験を行った。促進試験前の試験板と試験後の塗装板の色差を測色したが、色差は 0.8と非常に小さく、この顔料組成物は高耐候性を示し、例えば、自動車用塗料への応用も可能であることが判明した。

と同様にして塗料を作製し、塗装板の作製及び促進耐候

性試験を行ない、促進試験前の試験板との色差の測色を 行った。その結果、色差は1.7と大きかった。

候性試験機:アイスーパーUVテスター(岩崎電気社

【0039】[比較例1]

【0041】[実施例2]

C. I. ピグメント レッド 177のスラリー 100部 酸化セリウムの10%水分散液 100部 「プレンアクトTTS」 4部

(味の素社製のチタンカップリング剤)

を室温にて5時間攪拌混合した。攪拌終了後、沪過し、 残渣を水で洗浄した後、95℃で乾燥させて顔料組成物 を得た。

【0050】このようにして得た顔料組成物を電子顕微 鏡で観察した結果、顔料の表面がセリウム化合物からな る被膜で被覆されていることを確認することができた。

ポリプロピレン (三菱ノーブレンMA-4)

100部

実施例3で得た顔料組成物

0.05部

「タイペークR-680」(石原産業社製の酸化チタン) 0.32部

ステアリン酸アルミニウム

0.13部

の組成で成型温度220℃で射出成型をおこない、耐候 性の試験片とした。

[0051]

(ポリプロピレン着色板作製)

ポリプロピレン(三菱ノーブレンMA-4)

100部

実施例3で得た顔料組成物

0.05部

「タイペークR-680」(石原産業社製の酸化チタン) 0.32部

0.13部

ステアリン酸アルミニウム

の組成で成型温度220℃で射出成型をおこない、耐候 性の試験片とした。

【0052】実施例1と同様にして促進耐候性試験を行 った。促進試験前の試験片と試験後の試験片の色差を測 色した結果、色差は0.8と非常に小さく、この顔料組 成物は高耐候性を示した。

【0053】[比較例3]

C. I. ピグメント レッド 177のスラリー 100部 「プレンアクトTTS」

(味の素社製のチタンカップリング剤)

を室温にて5時間攪拌した。攪拌終了後、沪過した後、 残渣を水で洗浄した後、95℃で乾燥させて、顔料組成 物を得た。

【0054】実施例3において、実施例3で得た顔料組 成物に代えて、比較例2で得た顔料組成物を用いた以外 は、実施例3と同様にしてポリプロピレン着色板を作製 し、促進耐候性試験を行ない、促進試験前の試験板との 色差の測色を行った。その結果、色差は2.9と大きか った。

4部

【0055】[実施例4]

C. I. ピグメント ブルー 60のスラリー 酸化セリウムの10%水分散液

「KBE903」

100部 50部

2部

(信越化学社製のシランカップリング剤)

を40℃にて5時間攪拌混合した。攪拌終了後、沪過 し、残渣を水で洗浄した後、95℃で乾燥させて顔料組 成物を得た。

【0056】このようにして得た顔料組成物を電子顕微 鏡で観察した結果、顔料の表面がセリウム化合物からな る被膜で被覆されていることを確認することができた。

【0057】実施例2において、実施例2で得た顔料組

成物に代えて、実施例4で得た顔料組成物を用いた以外 は、実施例2と同様にして塗料を作製し、塗装板の作製 及び促進耐候性試験を行ない、促進試験前の試験板との 色差の測色を行った。その結果、色差は0.9と非常に 小さく、高耐候性を示した。

【0058】[比較例4]

C. I. ピグメント ブルー 60のスラリー

「KBE903」

100部 2部

(信越化学社製のシランカップリング剤)

を40℃にて5時間撹拌混合した。撹拌終了後、沪過 し、残渣を水で洗浄した後、95℃で乾燥させて顔料組 成物を得た。

【0059】実施例2において、実施例2で得た顔料組 成物に代えて、比較例4で得た顔料組成物を用いた以外 は、実施例2と同様にして塗料を作製し、塗装板の作製 及び促進耐候性試験を行ない、促進試験前の試験板との 色差の測色を行った。その結果、色差は2.3と大きか った。

【0060】[実施例5]

C. I. ピグメント イエロー 151のスラリー 100部

酸化セリウムの10%水分散液 「プレンアクトAL-M」

30部 2部

(味の素社製のアルミカップリング剤)

を40℃にて5時間攪拌混合した。攪拌終了後、沪過 し、残渣を、水で洗浄した後、95℃で乾燥させて顔料 組成物を得た。

【0061】このようにして得た顔料組成物を電子顕微 鏡で観察した結果、顔料の表面がセリウム化合物からな る被膜で被覆されていることを確認することができた。 【0062】実施例2において、実施例2で得た顔料組 成物に代えて、実施例5で得た顔料組成物を用いた以外 は、実施例2と同様にして塗料を作製し、塗装板の作製 及び促進耐候性試験を行ない、促進試験前の試験板との 色差の測色を行った。その結果、色差は1.3と小さ く、高耐候性を示した。

【0063】[比較例5]

C. I. ピグメント イエロー 151のスラリー

100部

2部

「プレンアクトAL-M」

(味の素社製のアルミカップリング剤)

を40℃にて5時間攪拌混合した。攪拌終了後、沪過 し、残渣を水で洗浄した後、95℃で乾燥させて、顔料 組成物を得た。

【0064】実施例2において、実施例2で得た顔料組 成物に代えて、比較例5で得た顔料組成物を用いた以外 は、実施例2と同様にして塗料を作製し、塗装板の作製 及び促進耐候性試験を行ない、促進試験前の試験板との 色差の測色を行った。その結果、色差は3.5と大きか った。

【0065】 [実施例6]

C. I. ピグメント ブルー 15:1のスラリー

50部

酸化セリウムの10%水分散液

3部

「KBE903」

(信越化学社製のシランカップリング剤)

を40℃にて5時間攪拌混合した。攪拌終了後、沪過 し、残渣を水で洗浄した後、95℃で乾燥させて顔料組 成物を得た。

【0066】このようにして得た顔料組成物を電子顕微 鏡で観察した結果、顔料の表面がセリウム化合物からな る被膜で被覆されていることを確認することができた。 【0067】実施例3において、実施例3で得た顔料組

成物に代えて、実施例6で得た顔料組成物を用いた以外 は、実施例3と同様にしてポリプロピレン着色板を作製 し、促進耐候性試験を行ない、促進試験前の試験板との 色差の測色を行った。その結果、色差は0.4と非常に 小さく、高耐候性を示した。

【0068】[比較例6]

C. I. ピグメント ブルー 15:1のスラリー 100部 「KBE903」 3部

(信越化学社製のシランカップリング剤)

を40℃にて5時間撹拌混合した。撹拌終了後、沪過 し、残渣を水で洗浄した後、95℃で乾燥させて顔料組 成物を得た。

【0069】実施例3において、実施例3で得た顔料組 成物に代えて、比較例6で得た顔料組成物を用いた以外 は、実施例3と同様にしてポリプロピレン着色板を作製 し、促進耐候性試験を行ない、促進試験前の試験板との 色差の測色を行った。その結果、色差は1.3と大きく なった。

【0070】[実施例7]

C. I. ピグメント バイオレット 23のスラリー 100部

酸化セリウムの10%水分散液

30部

[A-1120]

1部

(ユニオンカーバイド社製のシランカップリング剤)

を40℃にて5時間撹拌混合した。撹拌終了後、沪過 し、残渣を水で洗浄した後、95℃で乾燥させて顔料組 成物を得た。

【0071】このようにして得た顔料組成物を電子顕微 鏡で観察した結果、顔料の表面がセリウム化合物からな る被膜で被覆されていることを確認することができた。 【0072】実施例3において、実施例3で得た顔料組 成物に代えて、実施例7で得た顔料組成物を用いた以外 は、実施例3と同様にしてポリプロピレン着色板を作製 し、促進耐候性試験を行ない、促進試験前の試験板との 色差の測色を行った。その結果、色差は1.2と小さ く、高耐候性を示した。

【0073】[比較例7]

C. I. ピグメント バイオレット 23のスラリー 100部

「A-1120」

1部

### (ユニオンカーバイド社製のシランカップリング剤)

を40℃にて5時間撹拌混合した。攪拌終了後、沪過 し、残渣を水で洗浄した後、95℃で乾燥させて顔料組 成物を得た。

【0074】実施例3において、実施例3で得た顔料組 成物に代えて、比較例7で得た顔料組成物を用いた以外

> C. I. ピグメント イエロー 110のスラリー 酸化セリウムの10%水分散液

「KBE903」

は、実施例3と同様にしてポリプロピレン着色板を作製 し、促進耐候性試験を行ない、促進試験前の試験板との 色差の測色を行った。その結果、色差は2.4と大きく なった。

【0075】[実施例8]

100部

50部

3部

(信越化学社製のシランカップリング剤)

を40℃にて5時間攪拌混合した。攪拌終了後、沪過 し、残渣を水で洗浄した後、95℃で乾燥させて顔料組 成物を得た。

【0076】このようにして得た顔料組成物を電子顕微 鏡で観察した結果、顔料の表面がセリウム化合物からな る被膜で被覆されていることを確認することができた。

【0077】実施例3において、実施例3で得た顔料組

成物に代えて、実施例8で得た顔料組成物を用いた以外 は、実施例3と同様にしてポリプロピレン着色板を作製 し、促進耐候性試験を行ない、促進試験前の試験板との 色差の測色を行った。その結果、色差は0.7と小さ く、高耐候性を示した。

【0078】[比較例8]

C. I. ピグメント イエロー 110のスラリー 100部 3部

「KBE903」

(信越化学社製のシランカップリング剤)

を40℃にて5時間撹拌混合した。撹拌終了後、沪過 し、残渣を水で洗浄した後、95℃で乾燥させて顔料組 成物を得た。

【0079】実施例3において、実施例3で得た顔料組 成物に代えて、比較例8で得た顔料組成物を用いた以外 は、実施例3と同様にしてポリプロピレン着色板を作製 し、促進耐候性試験を行ない、促進試験前の試験板との 色差の測色を行った。その結果、色差は1.3と大きく なった。

【0080】[実施例9]

C. I. ピグメント レッド 254のスラリー 100部

酸化セリウムの10%水分散液 30部

「A-1120」

(ユニオンカーバイド社製のシランカップリング剤) を40℃にて5時間撹拌混合した。撹拌終了後、沪過 し、残渣を水で洗浄した後、95℃で乾燥させて顔料組 成物を得た。

【0081】このようにして得た顔料組成物を電子顕微 鏡で観察した結果、顔料の表面がセリウム化合物からな る被膜で被覆されていることを確認することができた。

【0082】実施例1において、実施例1で得た顔料組

成物に代えて、実施例9で得た顔料組成物を用いた以外 は、実施例1と同様にして塗料を作製し、塗装板の作製 及び促進耐候性試験を行ない、促進試験前の試験板との 色差の測色を行った。その結果、色差は0.6と非常に 小さく、高耐候性を示した。

2部

【0083】[比較例9]

C. I. ピグメント レッド 254のスラリー 100部

[A-1120]

(ユニオンカーバイド社製のシランカップリング剤)

を40℃にて5時間撹拌混合した。撹拌終了後、沪過 し、残渣を水で洗浄した後、95℃で乾燥させて顔料組 成物を得た。

【0084】実施例1において、実施例1で得た顔料組 成物に代えて、比較例9で得た顔料組成物を用いた以外

は、実施例1と同様にして塗料を作製し、塗装板の作製 及び促進耐候性試験を行ない、促進試験前の試験板との 色差の測色を行った。その結果、色差は1.1と大きく なった。

2部

【0085】[実施例10]

C. I. ピグメント オレンジ 43のスラリー 100部

酸化セリウムの10%水分散液 100部

「プレンアクトTTS」

(味の素社製のチタンカップリング剤)

を室温にて5時間攪拌混合した。攪拌終了後、沪過し、

残渣を水で洗浄した後、95℃で乾燥させて顔料組成物

を得た。

【0086】このようにして得た顔料組成物を電子顕微

4部

鏡で観察した結果、顔料の表面がセリウム化合物からなる被膜で被覆されていることを確認することができた。 【0087】実施例3において、実施例3で得た顔料組成物に代えて、実施例10で得た顔料組成物を用いた以外は、実施例3と同様にしてポリプロピレン着色板を作 製し、促進耐候性試験を行ない、促進試験前の試験板と の色差の測色を行った。その結果、色差は1.2と高耐 候性を示した。

【0088】[比較例10]

C. 1. ピグメント オレンジ 43のスラリー 100部 「プレンアクトTTS」 4部

(味の素社製のチタンカップリング剤)

を室温にて5時間攪拌混合した。攪拌終了後、沪過し、 残渣を水で洗浄した後、95℃で乾燥させて顔料組成物 を得た。

【0089】実施例3において、実施例3で得た顔料組成物に代えて、比較例10で得た顔料組成物を用いた以外は、実施例3と同様にしてポリプロピレン着色板を作製し、促進耐候性試験を行ない、促進試験前の試験板との色差の測色を行った。その結果、色差は2.1と大きかった。

[0090]

【発明の効果】本発明の顔料組成物は、容易にかつ短時間で製造できるものである。またセリウム化合物を含む被膜が有機顔料の表面に被覆されているため、少ないセリウム化合物の使用量で有機顔料の表面で紫外線を吸収することができ、しかも、被膜の透明性にも優れているので、有機顔料の変色、退色が著しく改善することができる。また、今まで耐候性塗料に適用できなかった顔料であっても、耐候性塗料への応用、樹脂着色剤への応用が可能となる。